

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-179086

(43)Date of publication of application : 03.07.2001

(51)Int.Cl. B01J 20/10
B41J 2/01

(21)Application number : 11-369160 (71)Applicant : ASAHI KASEI CORP

(22)Date of filing : 27.12.1999 (72)Inventor : SATO SEIJI
SHIMIZU TADASHI

(54) INK ABSORBENT AND RECORDING SHEET USING INK ABSORBENT

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an ink absorbent which shows high ink absorption and optical density and also outstanding water resistance and light resistance as well as a recording sheet using this ink absorbent.

SOLUTION: This ink absorbent is characterized in that it contains mesoporous silica with an average pore diameter of 10 nm or more and 35 nm or less. In addition, the recording sheet is characterized in that it contains the described ink absorbent.

LEGAL STATUS [Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or

application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2001-179086
(P2001-179086A)

(43) 公開日 平成13年7月3日(2001.7.3)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テームト*(参考)
B 0 1 J 20/10		B 0 1 J 20/10	C 2 C 0 5 6
B 4 1 J 2/01		B 4 1 J 3/04	I 0 1 Y 4 G 0 6 6

審査請求 未請求 請求項の数7 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願平11-369160

(22) 出願日 平成11年12月27日(1999.12.27)

(71) 出願人 000000033

旭化成株式会社

大阪府大阪市北区堂島浜1丁目2番6号

(72) 発明者 佐藤 静司

静岡県富士市鮫島2番地の1 旭化成工業
株式会社内

(72) 発明者 清水 正

静岡県富士市鮫島2番地の1 旭化成工業
株式会社内

(74) 代理人 100075498

弁理士 野崎 鎮也

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 インク吸収剤及びそれを用いた記録シート

(57) 【要約】

【課題】 インクの吸収性、光学濃度が高く、耐水性、耐光性に優れたインク吸収剤およびそれを用いた記録用シートを提供する。

【解決手段】 平均細孔径が10nmより大きく35nmより小さいメソポーラスシリカを含有することを特徴とするインク吸収剤および、上記のインク吸収剤を含有することを特徴とする記録用シート。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 平均細孔径が10nmより大きく35nmより小さいメソポーラスシリカを含有することを特徴とするインク吸収剤。

【請求項2】 メソポーラスシリカがアルカリ土類金属原子と亜鉛原子から選ばれた一種以上の金属原子を含むことを特徴とする請求項1記載のインク吸収剤。

【請求項3】 メソポーラスシリカがシランカップリング剤で表面処理されていることを特徴とする請求項1又は2記載のインク吸収剤。

【請求項4】 紫外線吸収剤、ラジカル禁止剤、及び一重項酸素消光剤の少なくとも1種以上を含有することを特徴とする請求項1～3のいずれかに記載のインク吸収剤。

【請求項5】 ポリビニルアルコール系のバインダを含有することを特徴とする請求項1～4のいずれかに記載のインク吸収剤。

【請求項6】 請求項1～5のいずれかに記載のインク吸収剤と溶剤とからなるインク吸収剤スラリー。

【請求項7】 請求項1～6のいずれかに記載のインク吸収剤を含有することを特徴とする記録シート。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、インクジェット用記録シート等に用いられるインク吸収剤、およびそれを用いた記録シートに関する。

【0002】

【従来の技術】インターネットやデジタルカメラの普及により、高品位なフルカラー画像を紙等に出力する機会が増えてきた。一方、インクジェット方式によるプリンターは、フルカラー化が容易であり、低コストで騒音が少ないなどの特長を持つことから、これらの画像の出力機器として、急速に普及しつつある。このインクジェット方式は、ノズルからインク液滴を高速で射出し、被記録材に付着させて記録する方式であるが、インク中に多量の溶媒を含み、インク液滴が連続的に射出されるため、記録シート上でインク液滴同士が互いに融合し、ドットが広がったり、色が混ざるなどという不具合が生じやすい。このため、インクジェット記録シートには、速やかにインクを吸収し、ドットが重なってもインクが混ざらず、しかもドット滲みがなく、高い光学濃度を有することが要求されている。

【0003】そこで、インクジェットの記録シートとして、種々の有機物や無機物を、必要に応じバインダとともに基材に塗布あるいは内填することが提案されている。例えば、紙、プラスチックフィルムなどの上に、ポリビニルアルコールなどの水溶性樹脂からなるインク受容層を設けた記録シートや、シリカゲル等の充填材を含有したインク受容層を設けた記録シートが知られている（例えば、特開昭55-146786号公報、特開昭5

6-99692号公報、特開昭59-174381号公報、特開平2-276670号公報など）。しかし、それらはいずれもインクの吸収性、光学濃度、耐水性、耐光性といった要求特性の点で十分満足できるものではなかった。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、従来技術では得られていなかったインクの吸収性・光学濃度が高く、耐水性、耐光性に優れたインク吸収剤、及びインク吸収剤スラリー並びにそれらを用いた記録シートを提供することを目的とする。

【0005】

【課題を解決するための手段】すなわち、本発明は、以下の1～7のインク吸収剤、及びインク吸収剤スラリー並びにそれらを用いた記録シートを提供するものである。

1. 平均細孔径が10nmより大きく35nmより小さいメソポーラスシリカを含有することを特徴とするインク吸収剤。

2. メソポーラスシリカがアルカリ土類金属原子と亜鉛原子から選ばれた一種以上の金属原子を含むことを特徴とする上記1記載のインク吸収剤。

【0006】3. メソポーラスシリカがシランカップリング剤で表面処理されていることを特徴とする上記1又は2記載のインク吸収剤。

4. 紫外線吸収剤、ラジカル禁止剤、及び一重項酸素消光剤の少なくとも1種以上を含有することを特徴とする上記1～3のいずれかに記載のインク吸収剤。

5. ポリビニルアルコール系のバインダを含有することを特徴とする上記1～4のいずれかに記載のインク吸収剤。

6. 上記1～5のいずれかに記載のインク吸収剤と溶剤とからなるインク吸収剤スラリー。

7. 上記1～6のいずれかに記載のインク吸収剤を含有することを特徴とする記録シート。

【0007】以下、本発明を詳細に説明する。本発明のインク吸収剤は、平均細孔径が10nmより大きく35nmより小さいメソポーラスシリカを含有することを特徴とするものである。本発明のインク吸収剤に用いるメソポーラスシリカは、10nmより大きく35nmより小さいメソポーラ領域に平均細孔径を有するシリカ多孔体で、粉末X線回折で明らかに結晶性が認められ、均一な細孔を持つものである。シリカ含有量としては90重量%以上が好ましく、原料に由来するナトリウムやテンプレート残さなどの不純物、アルミ、チタンなどのシリカ骨格を置換している元素は10重量%未満が好ましい。

【0008】さらに、本発明に用いるメソポーラスシリカは、BET比表面積（窒素吸着比表面積）が好ましくは400～1400m²/g、より好ましくは500～1000m²/g、細孔容積が好ましくは1～4cc/g

gの多孔構造を持つものである。比表面積が $400\text{ m}^2/\text{g}$ 未満もしくは細孔容積が 1 cc/g 未満の場合、インク吸収性が不十分となる恐れがある。平均粒子径は、 $0.02\sim 20\text{ }\mu\text{m}$ であることが好ましく、より好ましくは $0.02\sim 10\text{ }\mu\text{m}$ である。平均粒子径が $20\text{ }\mu\text{m}$ よりも大きい場合、記録シートの平滑性が失われることがあるので好ましくない。

【0009】上記特性を満たし、アルカリ土類金属原子と亜鉛原子から選ばれた一種以上の金属原子を含むメソポーラスシリカを含有すると、耐水性、耐光性がさらに向上する。また、上記特性を満たし、シランカップリング剤により表面処理をしたメソポーラスシリカを含有すると、耐光性が向上する。

【0010】本発明に用いるメソポーラスシリカの合成方法は、平均細孔径が 10 nm より大きく 35 nm より小さいメソポーラスシリカが得られれば、特に限定されるものではない。例えば、米国特許第3556725号明細書に記載されている、シリカのアルコキシドをシリカ源とし、長鎖のアルキルを含む4級アンモニウム塩をテンプレートとした合成法を用いることができる。また、特表平5-503499号公報等に合成法が記載されているアモルファスシリカ粉末やアルカリシリケート水溶液をシリカ源とし、長鎖のアルキル基を有する4級アンモニウム塩、あるいはホスホニウム塩をテンプレートとする水熱合成法により合成する方法を用いることもできる。

【0011】さらに、特開平4-238810号公報等に記載されている、シリカ源としてカネマイト等の層状珪酸塩を、長鎖のアルキルアンモニウムカチオン等をテンプレートとして、イオン交換法により合成する方法を用いることができる。その他にドデシルアミンやヘキサデシルアミン等のアミンをテンプレートとして、活性シリカをシリカ源として合成する方法、あるいは、D. Zhaoらの報文〔J. Am. Chem. Soc., Vol. 120, P6024-6036 (1998)〕に記載されているように、高分子量の非イオン性界面活性剤であるトリブロックポリマーなどをテンプレートとし、シリカのアルコキシドをシリカ源として、酸性領域で合成する方法をとることもできる。

【0012】アルカリ土類金属原子と亜鉛原子から選ばれた一種以上の金属原子を含むメソポーラスシリカの合成方法は、特に限定されるものではない。例えば、上述した合成方法で合成したメソポーラスシリカのスラリーと金属原子を含む溶液あるいはスラリーを混合し、沈着あるいは反応させる方法によって得ることができる。また、メソポーラスシリカのスラリーに金属塩等を直接添加し、沈着あるいは反応させる方法をとることもできる。

【0013】あるいは、メソポーラスシリカを合成する際に、金属塩等を添加して含有させる方法をとることも

できる。金属原子としては、カルシウム、マグネシウム、亜鉛が好ましい。金属原子の含有量は、酸化物基準でメソポーラスシリカ100重量部に対し、 $0.5\sim 20$ 重量部含有することが好ましく、より好ましくは $1\sim 10$ 重量部である。

【0014】メソポーラスシリカのシランカップリング剤による表面処理の方法は、乾式法や湿式法などの公知のシランカップリング処理方法を用いることができる。たとえば、メソポーラスシリカを攪拌混合しながらシランカップリング剤の溶液あるいはスラリーを噴霧し、付着あるいは反応させる方法を用いることができる。また、メソポーラスシリカのスラリーに、シランカップリング剤あるいはその溶液、スラリーを混合し付着あるいは反応させる方法を用いることもできる。

【0015】メソポーラスシリカを合成する際に、シランカップリング剤を添加し表面処理することもできる。例えば、合成時にシリカ源として用いられているシリカのアルコキシドであるテトラエトキシシランの一部を3-アミノプロピルトリエトキシシランやメチルトリエトキシシランなどで代替することにより合成することができる。

【0016】本発明に用いるシランカップリング剤は、従来公知のいずれのシランカップリング剤でもよいが、疎水性のあまり高くない官能基を有するシランカップリング剤が好ましい。具体的な官能基としては、アミノ基、エポキシ基、4級化アンモニウム塩基、メルカプト基、グリシドキシ基またはメタクリル基が好ましい。特に、アミノ基、4級化アンモニウム塩基がより好ましい。本発明において用いられるシランカップリング剤は、単独でも2種以上を組み合わせてもよく、メソポーラスシリカ100重量部に対し、 $0.2\sim 20$ 重量部、より好ましくは $1\sim 15$ 重量部の割合で用いることが好ましい。

【0017】本発明のインク吸収剤のメソポーラスシリカの含有量は、使用形態によって特に限定されるものではないが、 10 重量%以上の含有量が好ましい。より好ましくは、 30 重量%以上含有することである。その他の成分としては特に限定されるものではないが、使用目的、形態に応じて、バインダ、顔料などを用いることができる。バインダとしては、でんぷんやその変性物、ポリビニルアルコール（以下PVAと称す）およびその変性物などの水溶性樹脂やラテックス、エマルジョンなどの従来公知の有機物を用いることができる。

【0018】特に、PVA系バインダを用いるのが好ましい。PVA系バインダとしては、通常のPVAのほか、カチオン変性PVAやシラノール変性PVAを用いてもよい。バインダは、インク吸収剤中のメソポーラスシリカ100重量部に対し、通常 $5\sim 300$ 重量部の範囲で用いられる。前記顔料としては、シリカゲル、炭酸カルシウム、カオリン、ゼオライト、アルミナ等があげ

られる。

【0019】また、上記のバインダ、顔料の他にインク吸収剤中に含有される成分には使用目的に応じて、紫外線吸収剤、ラジカル禁止剤、一重項酸素消光剤、退色防止剤、耐水化剤、分散剤、増粘剤、消泡剤等の公知の添加剤を用いることができる。

【0020】耐水化剤としては、例えばポリエチレンイミン、ポリアミド尿素樹脂、ポリアミド樹脂などのカチオン性樹脂、具体的にはスミレズレジン1001（住友化学工業商品名）、KSR-100K（三洋化成工業商品名）などを用いることができる。

【0021】特に、紫外線吸収剤、ラジカル禁止剤、及び一重項酸素消光剤（以下、これらを安定化剤と称する。）のうち少なくとも1種以上を含むと耐光性が向上するため好ましい。

【0022】本発明に用いられる安定化剤は、印刷されインク吸収剤に吸収されたインクの退色などの劣化を防止するために耐光性が向上する効果があり、且つ劣化防止の効果があれば、その種類は特に限定されるものではない。また、印刷に使用されたインクやその劣化機構により最適なものとは当然異なるが、ポリマーやカラー写真などの劣化防止剤に使用されるものの多くが使用できる。これらの安定化剤は、単独で添加してもそれぞれを組合わせて使用してもよい。また、同一の化合物の中に紫外線吸収、ラジカル禁止、一重項酸素消光の効果を示す構造を有するものであってもよい。

【0023】紫外線吸収の効果のあるものとしては、特に限定されるものではないが、有機物系としてはサリチル酸系、ベンゾフェノン系、ベンズトリアゾール系、シアノアクリレート系、ベンゾエート系、ヒンダードアミン系などが挙げられ、無機物系としては酸化チタン、酸化セリウム、酸化亜鉛等の金属酸化物の微粒子が挙げられる。化合物自身が無色で白地を汚さず、しかもこれ自身の光安定性が優れているものが好ましく、ベンズトリアゾール系がもっとも好ましい。

【0024】ラジカル禁止の効果のあるものとしては、モノフェノール系、ビスフェノール系、高分子型フェノール系などのフェノール系、ヒドロキノン系、有機イオウ系、ホスファイト系、アミン系が挙げられるが、ヒドロキノン系がもっとも好ましい。一重項酸素消光の効果のあるものとしては、アニリン誘導体、有機ニッケル系、スピロクロマン系、スピロインダン系などが挙げられるが、アニリン誘導体がもっとも好ましい。

【0025】安定化剤としては具体的に、スミライザー、スミソープ（住友化学商品名）、アデカスタブ（旭電化商品名）、IRGANOX、TINUVIN（チバ・スペシャリティ・ケミカル商品名）、OHM-S P、88HQ、TSB（富士写真フイルム商品名）、ニードラル（多木化学商品名）、酸化亜鉛超微粒子 ZnO-305（住友大阪セメント商品名）などを使用する

ことができる。

【0026】本発明における安定化剤の添加量は特に限定されるものではないが、少なすぎるとインクの劣化を防止する効果が少なく、多すぎるとインク吸収剤としての解像度や耐水性などの性能を劣化する恐れがある。よって、その添加量はメソポーラスシリカ100重量部に対して0.01重量部～10重量部が好ましく、より好ましくは0.1重量部～5重量部である。

【0027】安定化剤を添加する方法としては、インク吸収剤に均一に分散させる方法と、インク吸収剤に不均一に分散させる方法がある。均一に分散させる方法としては、インク吸収スラリーの段階で添加する方法などがある。不均一に分散させるのは、インク吸収剤に吸収されたインクの退色などの劣化をより効果的に防止する目的で、インク吸収剤や記録シートの必要な部位に、高濃度で分散させるため行うものである。

【0028】不均一に分散させる方法としては、特に限定するものではないが、以下のような方法が挙げられる。インク吸収剤中のメソポーラスシリカに選択的に高濃度に添加する方法として、メソポーラスシリカをアルコールなどの溶媒に分散した液に、安定化剤を添加して、メソポーラスシリカに吸着させた後、溶媒を除去するか、あるいはそのままの状態、バインダーなどと混合する方法。一方、バインダーに選択的に高濃度に添加する方法として、バインダーを溶媒に分散または溶解した液に、安定化剤を添加して、バインダーに吸着させた後、溶媒を除去またはそのままの状態、メソポーラスシリカなどと混合する方法があげられる。

【0029】また、記録シートの表面に近い側に高濃度に添加する方法としては、安定化剤を高濃度と低濃度を含むインク吸収剤スラリーを用意し、まず基材に安定化剤を低濃度を含むインク吸収剤スラリーを塗布し、その後その上に安定化剤を高濃度を含むインク吸収剤スラリーを塗布する方法があげられる。その他、基材に、安定化剤を全く含まないまたは低濃度を含むインク吸収剤スラリーを塗布したのち、安定化剤を含む溶媒を塗布するか、または含浸させる方法も可能である。

【0030】本発明のインク吸収剤の形状は、粉体であっても、塊状物であっても、練り状物であっても良く、合成樹脂フィルムや紙等の基材の表面にコーティングするか、あるいは内填してインク吸収要素とすることができるものであれば形状は限定されない。

【0031】本発明の記録シートでは、上述したインク吸収剤を、合成樹脂フィルムや紙等の基材の表面にコーティングするか、あるいは内填してインク吸収要素とする。使用する基材としては、合成樹脂フィルムまたは紙などがあげられる。合成樹脂フィルムとしては、例えば、ポリエステル、ポリオレフィン、ポリアミド、ポリエステルアミド、ポリ塩化ビニルなどを使用することができる。さらにこれらの共重合体やブレンド物や架橋し、

たもの、あるいは顔料を練りこんで不透明化したフィルム、発泡フィルム、光沢フィルムなどを用いることもできる。

【0032】上記基材の中でもポリエステル、好ましくはポリエチレンテレフタレートが機械的特性、作業性などの点から好ましい。また、紙としては、例えば、上質紙、中質紙、アート紙、キャストコート紙、塗工紙、合成紙、樹脂被覆紙などが使用できる。合成樹脂フィルム、紙以外にも木綿、レーヨン、アクリルなどの布、ガラス板、金属なども用途に応じて使用できる。基材の厚みもとくに制限はないが、通常10～200 μ mのものが多く使用される。

【0033】インク吸収剤を基材表面にコーティングする手段は、例えば、インク吸収剤をダイコーター、ロールコーター、ロッドコーター、ブレードコーター、エアナイフコーター等の各種公知の方法を用いて塗布し、乾燥する方法を用いることができる。また、基材をインク吸収剤に浸漬するディップコート法やインク吸収剤を基材に吹きつけるスプレイ法、成形面にインク吸収剤をコーティングし、基材に転写する方法などを用いることもできる。

【0034】コーティングする際は、インク吸収剤と溶剤を混合したスラリーを用いることができる。インク吸収剤と溶剤を混合したスラリーは、インク吸収剤の構成成分と溶剤を同時に混合しても構わないが、インク吸収剤の構成成分であるメソポーラスシリカの分散液とそれ以外の構成成分であるバインダ等を分散した液を別々に調製した後、両者を合わせてスラリーとし、コーティングに用いることもできる。

【0035】インク吸収剤スラリーに用いる溶剤は、コーティング方法や用いるバインダ等により特に限定されるものではないが、エタノール、イソプロピルアルコール等のアルコール類、アセトン、メチルエチルケトン等の公知の各種有機溶剤や水が使用できる。インク吸収剤スラリー中のインク吸収剤の含有量は、コーティング方法や使用形態によって変動し、特に限定されるものではないが、5重量%以上の含有量が好ましく、より好ましくは10重量%以上を含有することが好ましい。

【0036】基材は、必要に応じて、コーティング前に空気中あるいはその他の雰囲気中でコロナ放電処理やプライマー処理などの公知の表面処理をすることで、インク吸収剤のコーティング性や接着性を改善することができる。また、多層にコーティングする、基材の両面にコーティングする、あるいは保護層や光沢層、接着層など物性の異なる層を積層するなどしてもよい。

【0037】コーティングの厚みは、1～100 μ m、好ましくは5～50 μ m、より好ましくは5～30 μ mが適当である。コーティング層中のメソポーラスシリカの含有量は0.5～30g/m²が好ましく、より好ましくは0.5～15g/m²である。メソポーラスシリ

カの含有量が0.5g/m²未満になるとインクの吸収性が不足する可能性がある。

【0038】インク吸収剤は基材に内填することが可能であり、その手段は、例えば、紙の場合は、抄紙用スラリーに前記インク吸収剤またはインク吸収剤を含有したスラリーを添加して抄紙する方法を用いることができる。また、インク吸収剤を合成樹脂等と混ぜ、キャストイング法、押出法、カレンダー法などによりフィルム状あるいはシート状に成形する方法も用いることができる。合成樹脂としては、特に制限はないが、ビニルアルコール系樹脂、アクリル系樹脂、ウレタン系樹脂、アミノ酸系樹脂等で、透水性の高いものが好ましい。シート全体を基準としたメソポーラスシリカの含有量は、0.5～30重量%が好ましい。

【0039】

【発明の実施の形態】以下実施例をあげて本発明の実施の形態を具体的に説明するが、本発明はこの実施例により何ら制限されるものではない。なお、実施例において、平均細孔径、細孔容積、及び比表面積は、カンタクロム社製オートソーブー1を用い、窒素により測定した。比表面積はBET法により求めた。平均粒子径は、(株)島津製作所製レーザー回折式粒度分布計SALD-1100により測定した。メソポーラスシリカ中のシリカ含有量は、550℃焼成後の試料のシリカ含有量が100%として、550℃焼成前後の重量差から求めた。インク吸収剤層中のメソポーラスシリカの含有量は、コーティングしたインク吸収剤層の乾燥後の重量と、スラリー中に仕込んだメソポーラスシリカとバインダの重量比から求めた。

【0040】また、本実施例では以下の方法で印字特性の評価を行った。作成した記録シートに市販インクジェットプリンター(セイコー・エプソン製、PM-750C)で、イエロー、マゼンダ、シアン、ブラック、グリーン、レッド、ブルーのベタ印字をおこなったものを用いた。

【0041】評価項目は以下に示したものである。

1) 印字性：印字部のインクのはじき、境目の滲みの程度を目視判定した。

○：滲みなし △：やや滲む ×：かなり滲む

2) インク乾燥性：印字直後に印字部を白紙で押さえ、インクが転写の程度を判定した。

○：60秒後に転写なし △：90秒後に転写なし

×：90秒後に転写

3) 耐水性：印字した記録シートを水中に2分間浸漬したのち、室温で乾燥し、インクの滲み、流失の程度を目視判定した。

◎：インク流れ極小 ○：インク流れ小

△：インク流れ中 ×：インク流れ大

【0042】4) 耐光性：印字した記録シートに、卓上型促進耐候暴露装置サンテスコPS+(東洋精機製)

を用い、ブラックパネル温度60℃、ウインドガラスフィルター使用、放射照度765W/m²の条件で照射した。60時間照射前後のブラックの光学濃度を測定し、濃度の変化率を求めた。光学濃度の測定は、反射濃度計(グレッグマクベス製、RD-918)を用いておこなった。

◎：退色度小 ○：退色度中 ×：退色度大

5) 印字濃度：ブラックの印字部の光学濃度をグレッグマクベス社製反射濃度計RD-918で測定した。

【0043】

【実施例】実施例1

水662gにテンプレートとしエチレンオキシドとプロピレンオキシドのトリブロックコポリマーであるPluronic P123(BASF社製)を25gと塩酸125mlを加え35℃で攪拌溶解させた。これに37.5gの1,3,5トリメチルベンゼンを攪拌しながら加えた。さらにテトラエトキシシラン52gを攪拌しながら添加し、35℃で20時間攪拌し、80℃で48時間静置した。得られた複合体を濾過し、水洗後48時間風乾し、シリカとテンプレートの複合体粉末を得た。この粉末をエタノールに分散し、60℃で処理し、濾過した。この操作を5回くり返した。次いで、室温で風乾後、70℃で乾燥し、メソポーラスシリカを得た。

【0044】この試料のX線回折図には、d値=14.7nmにピークが見られた(以下、試料Aと称する)。試料Aをセイシン企業製ジェットミルで粉碎し、平均粒子径6.7μmの試料を得た(以下、試料A1と称する)。試料A1の比表面積は530m²/g、細孔容積は1.13cc/g、メソポア領域の平均細孔径は15.0nmであった。

【0045】試料A1と水を混合し、メソポーラスシリカ濃度16.7重量%の分散液を作成した。これと、カチオンPVAの10重量%水溶液とシラノール変性PVAの10重量%水溶液を混合し、メソポーラスシリカとカチオンPVA、シラノール変性PVAの重量比が10:3:3で固形分13.3重量%のインク吸収剤スラリーを調製した。ポリエチレンテレフタレート製シート(厚さ100μm)にバーコーターで、前記スラリーを塗布乾燥し、厚さ約40μmのインク吸収剤層を設けた記録用シートを得、印字特性の評価を行った。評価結果は表2に示した。メソポーラスシリカの含有量は、約13g/m²であった。

【0046】実施例2

実施例1において、1,3,5トリメチルベンゼンの量を50gに変えた以外は同様にしてメソポーラスシリカを得た。この試料のX線回折図には、d値=21.6nmにピークが見られた(以下、試料Bと称する)。試料Bをセイシン企業製ジェットミルで粉碎し、平均粒子径6.2μmの試料を得た(以下、試料B1と称する)。試料B1の比表面積は520m²/g、細孔容積は1.

23cc/g、メソポア領域の平均細孔径は23.0nmであった。この試料B1を試料A1のかわりに用いた外は実施例1と同様にして記録シートを得、印字特性評価を行った。評価結果は表2に示した。

【0047】実施例3

実施例1において、静置温度を80℃から95℃に変えた以外は同様にしてメソポーラスシリカを得た。この試料のX線回折図には、d値=29.4nmにピークが見られた(以下、試料Cと称する)。試料Cをセイシン企業製ジェットミルで粉碎し、平均粒子径5.2μmの試料を得た(以下、試料C1と称する)。試料C1の比表面積は510m²/g、細孔容積は1.82cc/g、メソポア領域の平均細孔径は32.0nmであった。この試料C1を試料A1のかわりに用いた外は実施例1と同様にして記録シートを得、印字特性評価を行った。評価結果は表2に示した。

【0048】実施例4

試料B1と水で固形分10重量%スラリーを作り、その中に酸化物基準で試料B1の100重量部に対し酸化マグネシウム換算で5重量部の塩化マグネシウム・6水和物を加え、30分攪拌処理したのち70℃で乾燥し乳鉢で粉碎した。この試料を試料A1のかわりに用いた外は実施例1と同様にして記録シートを得、印字特性評価を行った。評価結果は表2に示した。

【0049】実施例5

試料B1と水で固形分10重量%スラリーを作り、その中に試料B1の100重量部に対し5重量部の3-アミノプロピルトリエトキシシラン(東京化成製)を加え、1時間攪拌処理したのち、70℃で乾燥し表面処理した試料を得た。この試料を試料A1のかわりに用いた外は実施例1と同様にして記録シートを得、印字特性評価を行った。評価結果は表2に示した。

【0050】実施例6

試料B1とエタノールで固形分20重量%スラリーを作り、その中に試料B1の100重量部に対しオクタデシルジメチル〔3-(トリメトキシシリル)プロピル〕アンモニウムクロライド(トーレ・シリコン製)が10重量部になるように1.5重量%メチルセルロース溶液を加え混合した。これを110℃で乾燥し表面処理した試料を得た。この試料を試料A1のかわりに用いた外は実施例1と同様にして記録シートを得、印字特性評価を行った。評価結果は表2に示した。

【0051】実施例7~9

試料A1のかわりに試料B1を用い、表1に示す安定化剤を加えた外は実施例1と同様にして記録用シートを得、印字特性評価を行った。評価結果は表2に示した。尚、表1において、添加量は試料B1の100重量部に対する重量部で示した。

【0052】比較例1

3号水ガラス(SiO₂=29重量%、Na₂O=9.5

重量%) 172.5gを水327.5gで希釈し、あらかじめH⁺型にしておいたカチオン交換樹脂(アンバーライト、IR-120B)を充填したカラムに通過させ、活性シリカ水溶液350gを得た。この活性シリカ水溶液のSiO₂は8.3重量%であった。エタノール76.8gにヘキサデシルアミン10.9gと1,3,5トリイソプロピルベンゼン28.2gを溶解させ、ついで攪拌しながら上記の活性シリカ水溶液100gを添加した。この混合物の(以下、試料Dと称する)。

【0053】試料DのX線回折図には、d値=7.8nmにピークが見られた。試料Dを湿式ボールミルで粉砕し平均粒子径9μmの試料を得た(以下、試料D1と称する)。試料D1の比表面積は690m²/g、平均細孔径は7.0nmであった。試料A1のかわりにD1を用いた外は実施例1と同様にして記録用シートを得、印

字特性の評価を行った。評価結果は表2に示した。

【0054】比較例2

実施例1の試料A1の代わりに、シリカゲル(富士シリシア化学(株)製、商品名サイシリア350、平均細孔径21nm)を用い、他は同様にして厚さ約30μmのインク吸収剤層を設けた記録シートを得、印字特性評価を行った。評価結果は表2に示した。

【0055】比較例3

実施例1の試料A1の代わりに、シリカゲル(富士シリシア化学(株)製、商品名サイシリア550、平均細孔径7nm)を用い、他は同様にして厚さ約30μmのインク吸収剤層を設けた記録シートを得、印字特性評価を行った。評価結果は表2に示した。

【0056】

【表1】

表 1

	安定化剤		添加量
実施例7	チヌピン384(チバ・スペシャルティ・ケミカルズ)	ベンゾトリアゾール系紫外線吸収剤	2
実施例8	88HQ(富士写真フィルム)	ハイドロキノン系ラジカル禁止剤	2
実施例9	4-(4'-オクチルオキシフェニル)-1,1-ジオキソチアモルホリン	アニリン誘導体系一重項酸素消光剤	2

【0057】

【表2】

表 2

	印字性	インク乾燥性	耐水性	耐光性	光学濃度
実施例1	○	○	○	△	1.78
実施例2	○	○	○	△	1.82
実施例3	○	○	○	△	1.71
実施例4	○	○	△	○	1.87
実施例5	○	○	◎	△	1.84
実施例6	○	○	◎	△	1.82
実施例7	○	○	○	○	1.73
実施例8	○	○	○	○	1.75
実施例9	○	○	○	○	1.74
比較例1	○	○	○	△	1.48
比較例2	○	○	×	×	1.65
比較例3	△	△	×	×	1.81

【0058】

【発明の効果】本発明のインク吸収剤及びそれを含有し

た記録シートには、インクの吸収性・光学濃度が高く、耐水性、耐光性が優れているという効果がある。

フロントページの続き

Fターム(参考) 2C056 EA04 EA13 FC06

4G066 AA16B AA18B AA22B AA36B

AB18A AB18D AC12D AC22A

AC23C BA03 BA09 BA20

BA23 BA26 DA07 EA20 FA21